PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENT. Internationales Bürg

WIPO OMPI

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 5:

D06M 13/224, 13/165

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer:

(43) Internationales

Veröffentlichungsdatum:

12. November 1992 (12.11.92)

WO 92/19805

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP92/00903

A1

(22) Internationales Anmeldedatum:

23. April 1992 (23.04.92)

(30) Prioritätsdaten:

P 41 14 240.3

2. Mai 1991 (02.05.91)

DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): HEN-KEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN [DE/DE]; Henkelstraße 67, D-4000 Düsseldorf 13 (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): BECKER, Wolfgang [DE/DE]; Nordstraße 176, D-4050 Mönchengladbach 2 (DE). MATHIS, Raymond [FR/DE]; Sandstraße 16, D-4000 Düsseldorf (DE). STAPPER-DRUYEN, Sylvia [DE/DE]; Steinmetztraße 23, D-4050 Mönchengladbach (DE). ROBRAHN, Karin [DE/DE]; Große Furth 31, D-4020 Mettmann (DE). HOFFMANN, Rainer [DE/DE]; Marin Luther Straße 14, D-2820 Bremen 71 (DE). KIRAY, Yasar, Cüneyt [TR/DE]; Hammersbecker Straße 150, D-2820 Bremen 70 (DE).

(74) Anwalt: HENKEL KOMMANDITGESELLSCHAFT AUF AKTIEN; TFP/Patentabteilung, Postfach 10 11 00, D-4000 Düsseldorf 1 (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: AT (europäisches Patent), AU, BE (europäisches Patent), CA, CH (europäisches Patent), DE (europäisches Patent), DK (europäisches Patent), ES (europäisches Patent), FR (europäisches Patent), GB (europäisches Patent), GR (europäisches Patent), IT (europäisches Patent), JP, LU (europäisches Patent), MC (europäisches Patent), NL (europäisches Patent), SE (europäisches Patent), US.

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(54) Title: USE OF SPECIAL COMPOUNDS AS SMOOTHING AGENTS IN COMBING OILS

(54) Bezeichnung: VERWENDUNG VON SPEZIELLEN VERBINDUNGEN ALS GLÄTTEMITTEL IN KÄMMÖLEN

(57) Abstract

Special compounds having setting point above 25 °C selected from the group of the dialkyl ethers and/or carboxylic acid esters are used as smoothing agents in combing oils for the production of wool combed slivers.

(57) Zusammenfassung

Beschrieben wird die Verwendung von speziellen Verbindungen mit Erstarrungspunkten über 25 °C, ausgewählt aus der Gruppe der Dialkylether und/oder Carbonsäureester als Glättemittel in Kämmölen für die Kammzugherstellug von Wolle.

LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Code, die zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

ΑT	Österreich	FI	Finnland	MN	Mongolei
		FR	Frankreich	MR	Mauritanien
AU	Australien			MW	Malawi
BB	Barbados	GA	Gabon		
BE	Belgien	CB	Vereinigtes Königreich	NL	Niederlande
BF	Burkina Faso	GN	Guinea	NO	Norwegen
BG	Bulgarien	GR	Griechenland	PL	Polen
BJ	Benin	HU	Ungarn	RO	Rumänien
BR	Brastlien	ΙE	Irland	RU	Russische Föderation
CA	Kanada	IT	Italien	SD	Sudan
CF	Zentrale Afrikanische Republik	JP	Japan	SE	Schweden
	·	KP	Demokratische Volksrepublik Korea	SN	Senegal
CC	Kongo	KR	Republik Korea	SU	Soviet Union
СН	Schweiz		•	TD	Tschad
Ci	Côte d'Ivoire	LI	1 icehtenstein		
CM	Kamerun	L.K	Sri Lanka	TG	Tugo
CS	Tschechoslowakci	I.U	Luxemburg	US	Vereinigte Staaten von Amerika
DE*	Deutschland	MC	Monaco		
DK	Dånemark	MG	Madagaskar		
ES	Spanien	MI	Mali		

"Verwendung von speziellen Verbindungen als Glättemittel in Kämmölen"

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung von Verbindungen mit Erstarrungspunkten über 25 °C, ausgewählt aus der Gruppe der Dialkylether mit 2 gleichen oder verschiedenen Kohlenwasserstoffresten, Carbonsäureester von Mono- und/oder Dicarbonsäuren und aliphatischen monofunktionellen Alkoholen und Ester von zwei,- drei-und/oder vierwertigen Alkoholen und aliphatischen Monocarbonsäuren als Glättemittel in Kämmölen für die Kammzugherstellung von Wolle sowie ein Verfahren zum Glätten von Wolle bei der Kammzugherstellung unter Einsatz der Verbindungen ausgewählt aus der vorgenannten Gruppe mit Erstarrungspunkten über 25 °C.

Wolle, die zu Kammzügen verarbeitet werden soll, muß vor dem Spinnprozeß durch einen intensiven Waschvorgang von anorganischen Faserbegleitstoffen wie Sand, Staub und Salze des Wollschweißes und von organischen Faserbegleitstoffen wie Stroh, Futterreste, Wollfett und Schweiß befreit werden. Durch Entfernen der Faserbegleitstoffe, insbesondere durch das Entfernen der Wollwachse und Wollfette, werden die statischen und dynamischen Reibungsverhältnisse der Wolle stark verändert, so daß die Weiterverarbeitung der Wolle, insbesondere dort, wo intensive Faser/Faser- und Faser/Metall-Reibungen auftreten, äußerst problematisch wird. Vor allem während des Krempelvorganges, in dem durch Parallelisieren und Feinöffnen ein Faserverband (Krempelband) hergestellt wird, wird das Wollfasermaterial stark beansprucht. Diese Beanspruchung führt häufig zu elektrostatischen Aufladungen und zu einer Reduzierung der mittleren Stapellänge der Wolle sowie vermehrtem

Kämmabfall. Um der elektrostatischen Aufladung, der Stapeleinkürzung und dem Kämmabfall entgegenzuwirken, ist es erforderlich, die Wolle nach dem Waschvorgang und vor dem Krempeln mit Kämmölen auszurüsten. Üblicherweise werden bei 20 °C bis 25 °C (Raumtemperatur) flüssige Glättemittel, wie Olivenöl, Erdnußöl, Olein, Fette, Fettsäureester und Mineralöle verschiedener Art in Kombination mit Emulgatoren als Kämmöle benutzt (vergleiche Handbuch für Textilingenieure und Textilpraktiker, herausgegeben von Prof. E. Wagner, 2. Auflage, 1974, Oskar-Spohr-Verlag, Frankfurt am Main, Seiten 47 ff. und vergleiche "Textil praxis international", 45. Jg., Konradin Verlag, Leinfelden, Oktober 1990, Aufsatz von W. Becker, Seiten 1035-1038). Im Sinne der Erfindung wird demgemäß der Begriff der Kämmöle für die Mischung von Glättemittel und Emulgatoren verwendet.

Obgleich diese flüssigen Kämmöle in der Lage sind, die Stapeleinkürzung, den Kämmabfall und die elektrostatische Wirkung günstig zu beeinflussen, besteht weiterhin ein Bedarf an Kämmölen, die verbesserte Wirkungen zeigen. So kann bei einer Reduzierung der elektrostatischen Aufladung die Krempelgeschwindigkeit erhöht und dank reduzierter Stapeleinkürzung die Produktqualität angehoben werden, was für die Kammzughersteller von enormem wirtschaftlichen Nutzen ist.

Aus der deutschen Offenlegungsschrift DE-A-37 06 362 sind Dialkyletherverbindungen bekannt mit gleichen oder verschiedenen gesättigten und/oder ungesättigten Kohlenwasserstoffresten mit 6 bis 24 C-Atomen. Diese Dialkyletherverbindungen können unter anderem auch in Form von Dispersionen als Glättemittel auf Textilfasermaterialien unterschiedlicher Art aufgebracht werden, wodurch eine Verminderung der Reibung zwischen Fasern und Metall erreicht

wird. Obgleich in der genannten Offenlegungsschrift als Textilfasermaterialien auch Wolle behandelt wird, ist dort kein Hinweis zu entnehmen, daß besonders durch Behandlung mit Dialkylethern mit Erstarrungspunkten über 25 °C die Stapeleinkürzung, der Kämmabfall und die elektrostatische Aufladung verbessert wird.

Aus der deutschen Offenlegungsschrift DE-A-26 21 881 sind als Glättemittel ein Gemisch aus Festsäureestern von Fettsäuren mit 14 bis 18 C-Atomen und einwertigen Alkoholen mit 1 bis 8 C-Atomen, Paraffine des Schmelzbereiches 40 bis 60 °C und Fettsäureamidopolyaminen bekannt. Derartige Glättemittel verleihen damit behandelten Textilfasernmaterialien unter anderem auch Wolle, die notwendige Glätte für die Weiterverarbeitung.

In der britischen Patentschrift GB-C-12 90 688 werden textile Ausrüstungsmittel beschrieben, die Ester von Monocarbonsäuren mit 16 bis 30 C-Atomen und langkettigen monofunktionellen Alkoholen mit 12 bis 30 C-Atomen, enthalten. Damit applizierte, natürliche und vor allem synthetische Fasern haben den Vorteil, schmutzabweisend zu sein.

Aufgabe der vorliegenden Erfindung war es, Verbindungen zur Verwendung in Kämmölen bereitzustellen, die Wolle eine gute Glätte verleihen, die Stapeleinkürzung, den Kämmabfall und die elektrostatische Aufladung minimieren. Zudem sollten die Verbindungen, wie für Kämmöle üblich, leicht auswaschbar sein und keine harzigen, verklebenden oder gar wollschädigenden Bestandteile enthalten.

Überraschenderweise wurde nun gefunden, daß die Aufgabe gelöst werden kann durch die Verwendung von Verbindungen mit Erstarrungspunkten über 25 °C, ausgewählt aus der Gruppe der Dialkylether, Carbonsäureester von Mono- und/oder Dicarbonsäuren mit monofunktionellen Alkoholen und Estern von zwei-, drei- und/oder vierwertigen Alkoholen mit aliphatischen Monocarbonsäuren.

Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist die Verwendung von einer oder mehreren Verbindungen mit Erstarrungspunkten über 25 °C, ausgewählt aus der Gruppe

- A) Dialkylether mit 2 gleichen oder verschiedenen aliphatischen Kohlenwasserstoffresten mit je 6 bis 22 C-Atomen,
- B) Carbonsäureester von aliphatischen Mono- und/oder Dicarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen monofunktionellen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen und
- C) Ester von zwei-, drei- und/oder vierwertigen aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen Monocarbon-säuren mit 2 bis 22 C-Atomen

als Glättemittel in Kämmölen für die Kammzugherstellung von Wolle.

In der vorliegenden Erfindung steht der Begriff des Erstarrungspunktes für den sogenannten Steigschmelzpunkt gemäß der Definition
in Römpps Chemie-Lexikon, 8. Aufl., Bd. 5, Seite 3727 f, Stuttgart
(1987). Demnach ist der Erstarrungspunkt diejenige Temperatur, bei
der die Probe, die sich in einer beiderseits offenen in ein Wasserbad eingehängten Kapillare, befindet, im Glasröhrchen zu steigen beginnt.

Die erfindungsgemäß verwendeten Glättemittel, die ausgewählt sind aus der Gruppe der Verbindungen A), B) und C) sollen alle einen Erstarrungspunkt über 25 °C aufweisen. Bevorzugt werden Verbindungen, die einen Erstarrungspunkt von 30 °C bis 100 °C zeigen und

insbesondere bis 80 °C. Der physikalische Zustand, definiert über den Erstarrungspunkt, der erfindungsgemäß verwendeten Verbindungen ist erfindungswesentlich, da nur bei Raumtemperatur feste Verbindungen im Sinne der Erfindung zum Einsatz kommen sollen. So konnten eigene Vergleichsversuche zeigen, daß Verbindungen mit vergleichbarer chemischer Struktur signifikant unterschiedliche Reibungswerte, Wollängen und Kämmabfälle zeigen, je nach den Erstarrungspunkten der Verbindungen.

Die erfindungsgemäßen Dialkylether sind handelsübliche Produkte und werden in der Regel durch katalytische Dehydratisierung von Alkoholen oder durch Umsetzung von Alkylhalogeniden mit Alkoholaten (Williamson-Synthese) hergestellt, beispielsweise gemäß den Ausführungen in Ullmann's Enzyklopädie der Technischen Chemie, 4. Aufl., Bd. 8 (1974), Seite 146-156, Verlag Chemie, Weinheim. Die erfindungsgemäß verwendeten Dialkylether können symmetrisch und/oder unsymmetrische Dialkylether mit zwei gleichen oder mit verschiedenen aliphatischen Kohlenwasserstoffresten mit je 6 bis 22 C-Atomen sein. Die über den Ethersauerstoff miteinander verbundenen beiden aliphatischen Kohlenwasserstoffreste können gesättigter und/oder ungesättigter Natur, verzweigt und/oder unverzweigt sein. Bevorzugt werden Dialkylether mit zwei gleichen oder verschiedenen aliphatischen, gesättigten Kohlenwasserstoffresten mit je 6 bis 22 C-Atomen und vorzugsweise mit je 8 bis 22 C-Atomen. Aufgrund der biologischen Abbaubarkeit werden zweckmäßigerweise Dialkylether verwendet, die gleiche oder verschiedene aliphatische, gesättigte, unverzweigte Kohlenwasserstoffreste mit je einer geraden Anzahl von C-Atomen tragen. Besonders geeignete Dialkylether sind Ditalgether, Distearylether, Dilaurylether und/oder technische Mischungen wie Dikokosfettalkoholether.

Die erfindungsgemäß verwendeten Verbindungen mit Erstarrungspunkten über 25 °C können auch ausgewählt sein aus der Gruppe Carbonsäureester von aliphatischen Mono- und/oder Dicarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen monofunktionellen Alkohol mit 1 bis 22 C-Atomen. Carbonsäureester sind ebenfalls handelsübliche Produkte und werden durch Veresterung der Mono- und/oder Dicarbonsäuren mit den monofunktionellen Alkoholen in entsprechenden Mengenverhältnissen oder durch Umesterung von Carbonsäureester mit weiteren monofunktionellen Alkoholen in erhalten. Die erfindungsgemäß verwendeten Monocarbonsäureester können abgeleitet sein von aliphatischen, gesättigten und/oder ungesättigten, verzweigten und/oder unverzweigten Monocarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen. Geeignete Monocarbonsäuren sind Buttersäure, Valeriansäure, Capronsäure, Caprylsäure, Caprinsäure, Laurinsäure, Tridecansäure, Myristinsäure, Pentadecansäure, Palmitinsäure, Heptadecansäure, Stearinsäure, Behensäure, Ölsäure, Ricinusölsäure, Linol- und/oder Linolensäure. Geeignete aliphatische Dicarbonsäuren sind endständig Carboxylgruppen terminierte, gesättigte und/oder ungesättigte Dicarbonsäuren wie Azelainsäure, Oxalsäure, Bernsteinsäure, Maleinsäure und/oder Adipinsäure. Als aliphatische monofunktionelle Alkohole können gesättigte und/oder ungesättigte sowie verzweigte und/oder unverzweigte Alkohole mit 1 bis 22 C-Atomen, wie Methanol, Ethanol, Butanol, Propanol, Capronalkohol, Caprylalkohol, Pelargonalkohol, Caprinalkohol, Laurylalkohol, n- und Isopentadecanol, Palmitylalkohol, Stearylalkohol, Behenyalkohol, Oleylalkohol, Ricinolalkohol und/oder Linolenylalkohol eingesetzt werden. Besonders geeignet sind von diesen die aliphatischen, gesättigten, verzweigten und/oder unverzweigten monofunktionellen Alkohole. Sehr gute Carbonsäureester sind Stearylstearat, Methylstearat, Methylbehenat, Laurylstearat, Decylstearat, Octylbehenat,

Butylbehenate, Dimethyloxalat, Dimethylsebacinat und/oder Dioctyladipat.

Schließlich können die erfindungsgemäßen Verbindungen noch ausgewählt sein aus der Gruppe der Ester von zwei-, drei- und/oder vierwertigen aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen Monocarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen. Bevorzugt werden Ester von gesättigten aliphatischen zwei-, drei- und/oder vierwertigen Alkoholen, wie von Ethylenglykol, Diethylenglykol, Neopentylglykol, Butandiole, Hexandiole, 1,2,4-Butantriol, Trimethylolpropan, Trimethylolethan, Pentaerythrit und/oder Glycerin. Geeignete aliphatische Monocarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen sind bereits bei der Diskussion der Carbonsäureester von aliphatischen monofunktionellen Alkoholen besprochen worden. Die Ester des Glycerins, die Triglyceride, können natürlichen und/oder synthetischen Ursprungs sein. Bevorzugt werden Triglyceride natürlichen Ursprungs, wie Kokosfett, Palmkernfett, Lorbeerfett, Kakaobutter und Rindertalg sowie die hydrierten pflanzlichen Öle, wie hydriertes Sojaöl, hydriertes Ricinusöl und hydriertes Rüböl. Selbstverständlich können die natürlich vorkommenden Triglyceride durch Umesterung mit einer der vorgenannten aliphatischen Monocarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen modifiziert werden. Die Herstellung der ebenfalls geeigneten Ester von den weiteren zwei-, drei- und/oder vierwertigen aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 22 C-Atomen erfolgt in der Regel durch direkte Veresterung der aliphatischen Monocarbonsäure mit dem Alkohol. Ganz besonders geeignete Verbindungen der Gruppe C) sind Glycerintristearat, Trimethylolpropantristearat, Glycerinmonolauryldistearat.

Erfindungsgemäß können eine oder mehrere Verbindungen ausgewählt aus den beschriebenen Gruppen verwendet werden. Die

Mischungsverhältnisse der Verbindungen ausgewählt aus der Gruppe A), B) und C) sind in weiten Grenzen variierbar, und werden lediglich limitiert durch die Mischbarkeit- bzw. Homogenisierbarkeit der Verbindungen miteinander.

Besonders gute Glätteeigenschaften zeigen eine oder mehrere Verbindungen mit den genannten Erstarrungspunkten, die ausgewählt sind aus der Gruppe der

- B) Carbonsäureester von aliphatischen Mono- und/oder Dicarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen, monofunktionellen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen und
- C) Ester von zwei-, drei- und/oder vierwertigen aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen Monocarbon-säuren mit 2 bis 22 C-Atomen.

Von diesen Verbindungen werden wiederum bevorzugt Carbonsäureester von aliphatischen, gesättigten Mono- und/oder Dicarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen, gesättigten monofunktionellen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen und Ester von gesättigten zwei-, drei- und/oder vierwertigen aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen, gesättigten Monocarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen verwendet. Von den Estern der gesättigten drei- und/oder vierwertigen Alkohole werden ganz besonders die Ester von Glycerin, Trimethylolpropan und/oder Pentaerythrit bevorzugt.

Die erfindungsgemäßen Verbindungen werden als Glättemittel in Kämmölen in Mengen von 50 bis 95 Gew.-% in Abmischung mit Emulgatoren sowie üblichen Hilfsmitteln verwendet. Bevorzugt werden die erfindungsgemäßen Verbindungen in Mengen von 50 bis 90 Gew.-% abgemischt mit Emulgatoren in Mengen von 5 bis 50 Gew.-% verwendet, wobei sich die Mengen zu 100 Gew.-% addieren müssen. Die

abgemischten Emulgatoren können nichtionischen, kationischen, anionischen und/oder amphoteren Charakter in Wasser zeigen. Geeignete nichtionische Emulgatoren sind alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte und/oder propoxylierte Fette, Öle, Fettalkohole mit 8 bis 24 C-Atomen, Fettamine mit 8 bis 24 C-Atomen im Fettrest und/oder C₈-C₁₈-Alkylphenole. Als Beispiele seien genannt Ricinusöl mit 25 Mol Ethylenoxid (EO), Talgalkohol mit 5 Mol EO, Talgalkohol mit 20 Mol EO Talgalkohol mit 9 Mol Propylenoxid (PO) und 5,5 Mol EO, (12/14 Laurolalkohol mit 5 PO und 4 EO), C_{12} - C_{18} -Kokosalkohol mit 10 Mol EO, Nonylphenol mit 10 Mol EO und/oder Fettamine, wie Kokosamin, Talgamin, Oleylamin mit 2 bis 20 Mol EO. Als kationische Emulgatoren kommen alkoxylierte, vorzugsweise ethoxylierte und/oder propoxylierte Alkylamine mit 10 bis 22 C-Atomen im Alkylrest in Form ihrer Ammoniumsalze in Frage, beispielsweise Stearylamin mit 10 Mol EO. Geeignete anionische Emulgatoren sind beispielsweise Alkali-und/oder Ammoniumsalze von $C_{6}-C_{24}$ -Fettsäuren, $C_{8}-C_{22}$ -Alkyl-und/oder $C_{8}-C_{22}$ -Alkylethersulfate, C8-C22-Alkyl- und/oder C8-C22-Alkylbenzolsulfonate, C8-C22-Alkylund/oder C8-C22-Alkylbenzolsulfosuccinate und/oder C8-C22-Alkylund/oder Cg-C22-Alkyletherphosphate. Beispiele für amphotere Emulgatoren sind Cg-C22-Alkyldimethylbetaine, N-Cg-C22-Alkylamidobetaine und/oder von Aminosäuren abzuleitende Amphotenside.

Zur Herstellung der Kämmöle werden die erfindungsgemäß verwendeten Verbindungen zusammen mit einem oder mehreren sich nicht störenden Emulgatoren bei 40 bis 100 °C aufgeschmolzen und verrührt.

Häufig werden von Kämmölen neben den Gleiteigenschaften noch weitere Eigenschaften verlangt, wie geringes Schäumen, Weichmachung, und keine oder höchstens nur geringe Vergilbungen auf der Wollflocke. Um diesen Anforderungen gerecht zu werden, können,

abgemischt mit den erfindungsgemäß verwendeten Verbindungen und Emulgatoren, gegebenenfalls übliche Hilfsmittel in Mengen von 0 bis 20 Gew.-% – bezogen auf 100 Gew.-% Kämmöl – beigemengt werden. Als übliche Hilfsstoffe seien beispielsweise Antioxidantien, Entschäumer, Stabilisatoren, Antistatika, Konservierungsmittel, pH-Wert-Regulantien und/oder Duftstoffe genannt. Derartige übliche Hilfsstoffe sind aus dem Stand der Technik bekannt. Eine beispielhafte Aufzählung geeigneter üblicher Hilfsstoffe ist der deutschen Offenlegungsschrift DE-A-37 06 362 zu entnehmen.

Die Kämmöle, in denen die erfindungsgemäßen Verbindungen verwendet werden, können pur oder in Form von Dispersionen auf die Wolle aufgetragen werden. Für den Auftrag der puren Kämmöle werden die erfindungsgemäßen Verbindungen abgemischt mit Emulgatoren sowie ggf. üblichen Hilfsstoffen aufgeschmolzen und mit Hilfe üblicher Apparaturen wie Dosierpumpensysteme oder Aufsprühsysteme auf die Wolle aufgebracht. Des weiteren können die Kämmöle als wäßrige oder organische Dispersionen aufgetragen werden. Bei organischen Dispersionen sind geeignete organische Lösungsmittel, beispielsweise aliphatische und/oder aromatische Kohlenwasserstoffe, wie Benzin, Cyclohexan, Toluol, Xylol oder halogenierte, vorzugsweise chlorierte Kohlenwasserstoffe wie Methylenchlorid oder Perchlorethylen. Aus Umwelt- und Sicherheitsgesichtspunkten heraus sind wäßrige Dispersionen von Kämmölen jedoch vorzuziehen. Zur Herstellung der wäßrigen Dispersionen der Kämmöle werden die Kämmöle bei 40 bis 100 °C geschmolzen, bevor das Wasser, gegebenenfalls unter Druck, zugegeben wird. Es ist jedoch auch möglich, die geschmolzenen Kämmöle zu 50 bis 100 °C heißem Wasser zu geben. Es entstehen feinteilige, wäßrige Dispersionen mit Feststoffgehalten von 5 bis 40 Gew.-%, die meist auf einen pH-Wert von 7 bis 10 mittels pH-Wert-Regulantien eingestellt werden. Die wäßrigen Dispersionen können ebenfalls mit Hilfe üblicher Apparaturen, vorzugsweise durch Aufsprühen appliziert werden oder durch Zwangsapplikation in einem Bad, vorzugsweise im letzten Waschbad bei der Rohwollwäsche.

Die erfindungsgemäß verwendeten Verbindungen abgemischt mit Emulgatoren und ggf. üblichen Hilfsstoffen werden auf die Wollflocken vor dem Krempelprozeß aufgetragen. In der Regel werden die Kämmöle in Mengen von 0.2 bis 1.5 Gew.-%, vorzugsweise bis 0.6 Gew.-% - bezogen auf Gesamtaktivsubstanzgehalt – auf die Wolle bzw. deren Mischungen aufgelegt.

Durch Verwendung der erfindungsgemäßen Verbindungen mit Erstarrungstemperaturen über 25 °C, ausgewählt aus der Gruppe A), B) und C), und vorzugsweise aus der Gruppe B) und C) in Kämmölen ist es möglich, damit beaufschlagte Wolle vor starken mechanischen Beanspruchungen beispielsweise des Krempelprozesses zu schützen. Es werden deutlich reduzierte elektrostatische Aufladungen beobachtet sowie reduzierte Faserlängeneinkürzungen und anfallende Kämmstaube, verglichen mit Gleitmittelverbindungen, die bei 25 °C flüssig sind.

Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist ein Verfahren zum Glätten von Wolle bei der Kammzugherstellung unter Einsatz von Glättemittel enthaltenden Kämmölen, dadurch gekennzeichnet, daß als Glättemittel eine oder mehrere Verbindungen mit Erstarrungspunkten über 25 °C, ausgewählt aus der Gruppe

A) Dialkylether mit 2 gleichen oder verschiedenen aliphatischen Kohlenwasserstoffresten mit je 6 bis 22 C-Atomen,

- B) Carbonsäureester von aliphatischen Mono- und/oder Dicarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen monofunktionellen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen und
- C) Ester von zwei-, drei- und/oder vierwertigen aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen Monocarbon-säuren mit 2 bis 22 C-Atomen eingesetzt werden.

Einzelheiten zu den genannten Verbindungen als auch zu ihrer Applikation, ist dem Vorstehenden zu entnehmen.

Beispiele

Herstellung der Kämmöle

<u>Beispiel 1</u>

78,0 g Stearinsäuremethylester, 8,0 g eines mit 5 Mol Ethylenoxid (E0) ethoxylierten Alkoholgemisches aus 0 bis 2 Gew.-% C_{12} , 27 bis 35 Gew.-% C_{16} , 1 bis 7 Gew.-% C_{14} , 55 bis 75 Gew.-% C_{18} , 0 bis 2 Gew.-% C_{20} , 4,5 g eines mit 6 Mol E0 ethoxylierten C_{12} (70 Gew.-%) und C_{14} (30 Gew.-%) Fettalkoholgemisches, 5,5 g Alkylbenzolsulfonsäure (Reinheitsgrad 97 %) sowie 4,0 g Diethanolamin wurden bei 60 °C bis 70 °C unter Rühren miteinander vermischt. Man erhielt ein bei Raumtemperatur festes, weißliches Produkt.

Beispiel 2

Analog Beispiel 1 wurden 40,0 g n-Octylbehenat, 20 g gehärteter Rindertalg (Gew.-%: 0,5 C_{12} , 3 - 6 C_{14} , 28 - 42 C_{16} , 41 - 82 C_{18} , 0,5 C_{20} , 0,5 C_{22}), 10,0 g K-Salz des Phosphorsäureesters von Stearylcetylalkohol mit 10,5 Mol E0, 9,0 g gehärtetes Rizinusöl mit 25 Mol E0, 9 g Talgalkohol mit 9 Mol Propylenoxid (PO) und 5,5 Mol E0 sowie 12 g eines Oleyl-/Cetylalkohols (Gew.-%: 0 - 3 C_{14} , 8 - 30 C_{16} , 60 - 83 C_{18}) mit 10 Mol E0 miteinander vermischt. Man erhielt ein festes Produkt mit einem Erweichungspunkt von 40 °C.

<u>Beispiel 3</u>

Analog Beispiel 1 wurden 76,5 g Ethylenglykoldilaurat, 8,0 g eines mit 5 Mol ethoxylierten $C_{12/18}$ Alkoholgemisches (Gew.-%: 0 - 2 C_{12} , 1 - 7 C_{14} , 27 - 35 C_{16} , 55 - 75 C_{18} , 0 - 2 C_{20}) 4,5 g C_{12}/C_{14} Alkohol (Gew.-%: 70 C_{12} , 30 C_{14}) mit 6 Mol EO, 7,0 g Alkylbenzol-

sulfonsäure sowie 4,0 g Diethanolamin vermischt. Man erhielt ein festes Produkt mit einem Erweichungsgrad von 53 bis 55 °C.

Vergleichsbeispiel 1

Käufliches Kämmöl Selbana^R 4554, Fa. Henkel KGaA, enthaltend 60 bis 80 Gew.-% eines bei 25 °C flüssigen Fettsäuremethylesters.

Vergleichsbeispiel 2

Es wurde ein Kämmöl hergestellt analog Beispiel 3 nur mit dem Unterschied, daß anstelle von Ethylenglykoldilaurat der bei Raumtemperatur flüssige Ester von Ethylenglykol mit Talgfettsäure (Gew.-%: ca. 3 C_{14} , 27 - 31 C_{16} , 58 - 68 C_{18} , ca. 1 C_{20}) eingesetzt wurde.

Anwendungsbeispiel 1

Gewaschene und getrocknete Wolle wurde als Flocke (Australische Schweißwolle mit einem mittleren Durchmesser von 21 9 µm und einer durchschnittlichen Länge von 64 mm gemäß Rohwollzertifikat, d. h. nach Schätzung) bei ca. 25 °C und 55 % relativer Feuchte mit wäßrigen Dispersionen der Kämmöle gemäß Beispiel 1 bis 3 und Vergleichsbeispiel 1 und 2 besprüht. Der Auftrag an Kämmöl betrug 0,4 Gew.-% und an Wasser 0,6 Gew.-% - bezogen auf Wollgewicht. Die mittlere Faserlänge H (in mm) wurde nach dem Krempeln aber vor der Verkämmung mit einem Peyer Almeter al 100 bestimmt. Der Kämmling (in %) und der Kammzug (in % bezogen auf gewaschene und getrocknete Flocke) wurde durch Kontrollwägungen bestimmt. In Tabelle 1 sind die Versuchsergebnisse zusammengefaßt.

Tabelle 1

Kämmöl gemäß	H (in mm) vor Verkämmung	2	Kammzug (in %)
Beispiel 1	65,4	4,48	90,62
Beispiel 2	66,0	4,97	90,32
Vergleichs- beispiel 1	61,8	5,04	89,98
Beispiel 3	61,2	4,57	90,69
Vergleichs- beispiel 2	58,5	5,38	88,69

Aus Tabelle 1 ist zu erkennen, daß die Ester von Monocarbonsäuren mit Alkanolen (Beispiel 1, 2 und Vergleichsbeispiel 1) insgesamt etwas besser sind als die Ester von Diolen mit Monocarbonsäuren (Beispiel 3 und Vergleichsbeispiel 2). Innerhalb der nach der chemischen Struktur vergleichbaren Ester ist aber ganz klar, daß die erfindungsgemäßen Kämmöle mit festen Estern in allen untersuchten Punkten den flüssigen überlegen sind. So ist die Länge H nach dem Krempeln höher, d. h. die erfindungsgemäßen Kämmöle schützen die Wolle besser vor Einkürzungen (siehe Beispiel 1 im Vergleich zu Vergleichsbeispiel 1 oder Beispiel 3 zu Vergleichsbeispiel 2). Dementsprechend fällt bei den erfindungemäßen

Kämmölen auch weniger Kämmling an, d. h. weniger Abfall, und mehr Kammzug.

Anwendungsbeispiel 2

Gewaschene und getrocknete Wolle als Flocke (22,0 bis 22,5 μ und ca. 12 bis 14 % Feuchtigkeitsgehalt) wurden bei ca. 25 °C und 55 % relativer Feuchte, mit Beispiel 1 und Vergleichsbeispiel 1 besprüht. Der Auftrag an Kämmöl betrug 0,3 Gew.-% und an Wasser 0,7 Gew.-% - bezogen auf das Wollgewicht - auf der Wollflücke. Die elektrostatische Aufladung wurde am Krempelausgang mit einem Eltex-Gerät nach der Induktionsstrommethode (Meßabstand 100 mm) gemessen. Aus Tabelle 2 ist zu erkennen, daß Wollflocken, behandelt mit erfindungsgemäßen Kämmölen, geringere elektrostatische Aufladung aufweisen als gemäß Vergleichsbeispiel 1.

Tabelle 2

Kämmöl gemäß	elektrische Aufladung (KV m ⁻¹)	
Beispiel 1	- 20	
Vergleichs-		
beispiel 1	- 50	

Patentansprüche

- Verwendung von einer oder mehreren Verbindungen mit Erstarrungspunkten über 25 °C, ausgewählt aus der Gruppe
 - A) Dialkylether mit 2 gleichen oder verschiedenen aliphatischen Kohlenwasserstoffresten mit je 6 bis 22 C-Atomen,
 - B) Carbonsäureester von aliphatischen Mono- und/oder Dicarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen monofunktionellen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen und
 - C) Ester von zwei-, drei- und/oder vierwertigen aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen Monocarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen
 - als Glättemittel in Kämmölen für die Kammzugherstellung von Wolle.
- Verwendung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß Verbindungen, ausgewählt aus der Gruppe A), B) und C) mit Erstarrungstemperaturen von 30 °C bis 100 °C, vorzugsweise bis 80 °C, verwendet werden.
- 3. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß eine oder mehrere Verbindungen, ausgewählt aus der Gruppe der
 - A) Dialkylether mit 2 gleichen oder verschiedenen aliphatischen, gesättigten Kohlenwasserstoffresten mit je 6 bis 22 und vorzugsweise mit je 8 bis 22 C-Atomen,
 - B) Carbonsäureester von aliphatischen Mono- und/oder Dicarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen, gesättigten monofunktionellen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen und

C) Ester von zwei-, drei- und/oder vierwertigen aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen Monocarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen verwendet werden.

- 4. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß eine oder mehrere Verbindungen, ausgewählt aus der Gruppe der
 - B) Carbonsäureester von aliphatischen, gesättigten Monound/oder Dicarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen, gesättigten monofunktionellen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen und
 - C) Ester von gesättigten zwei-, drei- und/oder vierwertigen aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen, gesättigten Monocarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen verwendet werden.
- 5. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß eine oder mehrere Verbindungen, ausgewählt aus der Gruppe der
 - B) Carbonsäureester von aliphatischen, gesättigten Monound/oder Dicarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen, gesättigten, monofunktionellen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen und
 - C) Ester von Ethylenglykol, Diethylenglykol, Butandiole, Glycerin, Trimethylolpropan und/oder Pentaerythrit und aliphatischen, gesättigten Monocarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen verwendet werden.
- 6. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß eine oder mehrere Verbindungen, ausgewählt aus

der Gruppe A), B) und C) in Kämmölen in Mengen von 50 bis 95 Gew.-% in Abmischung mit Emulgatoren sowie ggf. üblichen Hilfsmitteln, verwendet werden.

- 7. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß eine oder mehrere Verbindungen, ausgewählt aus der Gruppe A), B) und C) in Kämmölen in Mengen von 50 bis 95 Gew.-%, abgemischt mit Emulgatoren in Mengen von 5 bis 50 Gew.-% sowie gegebenenfalls üblichen Hilfsstoffe in Mengen von 0 bis 20 Gew.-%, verwendet werden.
- 8. Verwendung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß eine oder mehrere Verbindungen, ausgewählt aus der Gruppe A), B) und C) in Kämmölen für die Kammzugherstellung von Wolle verwendet werden, wobei die Kämmöle pur oder in Form von Dispersionen auf die Wollflocken vor dem Krempelprozeß aufgetragen werden.
- 9. Verfahren zum Glätten von Wolle bei der Kammzugherstellung unter Einsatz von Glättemittel enthaltenden Kämmölen, dadurch gekennzeichnet, daß als Glättemittel eine oder mehrere Verbindungen mit Erstarrungspunkten über 25 °C, ausgewählt aus der Gruppe
 - A) Dialkylether mit 2 gleichen oder verschiedenen aliphatischen Kohlenwasserstoffresten mit je 6 bis 22 C-Atomen,
 - B) Carbonsäureester von aliphatischen Mono- und/oder Dicarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen monofunktionellen Alkoholen mit 1 bis 22 C-Atomen und
 - C) Ester von zwei-, drei- und/oder vierwertigen aliphatischen Alkoholen mit 2 bis 22 C-Atomen und aliphatischen Monocarbonsäuren mit 2 bis 22 C-Atomen

- 20 -

eingesetzt werden.

BN8DOCID: <WO___9219606A1__;>

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP92/00903

A. CLA	SSIFICATION OF SUBJECT MATTER	101/2132/	00300
Int.	Cl ⁵ : D06M 13/224	5	
	o International Patent Classification (IPC) or to	both national classification and IPC	
	DS SEARCHED		
Minimum do	cumentation searched (classification system follow	wed by classification symbols)	
Int.	Cl ⁵ : D06M C10M		
Documentation	on searched other than minimum documentation to	the extent that such documents are included in	the fields second
		are meraded in	the freids searched
Et			
Electronic dat	a base consulted during the international search (n	same of data base and, where practicable, search	terms used)
C. DOCUM	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVAN	Т	
Category*	Citation of document, with indication, whe	ere appropriate, of the relevant passages	Poloventa di N
		11 passages	Relevant to claim No
Х	EP, A, 0280206 (HENKEL) 31	August 1988	1.0
	see the whole document	. August 1900,	1-9
x	CP A 547667 (COORTNOC)		
^	GB, A, 547667 (GOODINGS et see the whole document	al.) 7 September 1942,	1,5
]			
Х	GB, A, 208479 (SPIESS) 20	December 1923,	1
	see the whole document		
х	US, A, 2212369 (JAEGER) 20	August 1940	
	see the whole document	August 1540,	1
}	·		
	·		
Further do	ocuments are listed in the continuation of Box		
		C. See patent family annex.	
" document de	gories of cited documents: fining the general state of the art which is not consider icular relevance	"T" later document published after the inter date and not in conflict with the applic the principle or theory underlying the	Stion but cited to understand
" earlier docur	nent but published on or after the international filing de	ate "X" document of particular relevance: the	claimed invention
document w cited to esta	hich may throw doubts on priority claim(s) or which	considered novel or cannot be considered	ered to involve on invancion
special reaso	u (as specified)	"Y" document of particular relevance: the	claimed invention
210025	ferring to an oral disclosure, use, exhibition or oth	combined with one or more other such d	step when the document is
the priority d	blished prior to the international filing date but later thate claimed	being obvious to a person skilled in the "&" document member of the same patent	e art
te of the actua	l completion of the international search		
	e 1992 (19.06.92)	Date of mailing of the international search	ch report
		24 July 1992 (24.07.92)	
me and mailin	g address of the ISA/	Authorized officer	
Euronea	n Patent Office		
simile No.	accinc office	Telephone No.	
PCT/ISA/210	0 (second sheet) (July 1992)	<u> </u>	

ANNEX TO THE INTERNATIONAL SEARCH REPORT ON INTERNATIONAL PATENT APPLICATION NO.

EP 9200903 SA 58934

This annex lists the patent family members relating to the patent documents cited in the above-mentioned international search report. The members are as contained in the European Patent Office EDP file on 16/07/92. The European Patent Office is in no way liable for these particulars which are merely given for the purpose of information.

Patent document cited in search report	Publication date		
EP-A- 0280206	31-08-88	DE-A- 3706362 JP-A- 63227869	
GB-A- 547667		US-A- 223888	2
GB-A- 208479		BE-A- 208479 DE-C- 306790 DE-C- 378149 DE-C- 388219 FR-A- 501189 FR-A- 566940 GB-A- 381310 NL-C- 1652 US-A- 159840	6 9 9 8 0 6 1
US-A- 2212369	, <u>, , , , , , , , , , , , , , , , , , </u>	None	

o li For more details about this samex : see Official Journal of the European Patent Office, No. 12/82

FORM POST